



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> : <b>B29B 17/02, B03B 5/28</b>		A1	(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 98/03318</b> (43) Date de publication internationale: <b>29 janvier 1998 (29.01.98)</b>
(21) Numéro de la demande internationale: <b>PCT/FR97/01355</b> (22) Date de dépôt international: <b>22 juillet 1997 (22.07.97)</b>		(81) Etats désignés: AU, BR, CA, CN, CZ, HU, JP, KR, MX, NO, NZ, PL, SG, SK, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).	
(30) Données relatives à la priorité: 96/09486 22 juillet 1996 (22.07.96) FR		<b>Publiée</b> <i>Avec rapport de recherche internationale. Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.</i>	
(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): G.P. (S.A.R.L.) [FR/FR]; Port Fluvial, 1ère Avenue, F-59250 Halluin (FR).			
(72) Inventeur; et (75) Inventeur/Déposant (US seulement): VANDEPUTTE, Antoine [BE/BE]; 131, Voskenstraat, B-8930 Menen (BE).			
(74) Mandataire: GAUCHERAND, Michel; IXAS Conseil, 15, rue Emile Zola, F-69002 Lyon (FR).			
(54) Title: <b>METHOD AND APPARATUS FOR SEPARATING POLYMERIC MATERIALS</b> (54) Titre: <b>PROCEDE ET INSTALLATION POUR SEPARER DES MATERIAUX POLYMERES</b>			
(57) Abstract <p>A method for recycling polymeric materials, including a plurality of mechanical separation steps (B), a first density separation step (C), an intensive cleaning step (E), a second density separation step (G, V), a third density separation step (M, W) and optionally a fourth density separation step (G<sub>a</sub>, G<sub>b</sub>). Further less essential steps such as wetting (A), grinding (D), air flow separation (K), drying (I), electrostatic sorting (Z) and optical sorting (Z<sub>a</sub>) steps may also be carried out to achieve optimised and refined separation. Polymeric materials from refuse or crushed motor vehicles may thus be separated, and polyethylene, polypropylene, polystyrene and acrylonitrile-butadiene-styrene resins may be recycled.</p>			
(57) Abrégé <p>Un procédé pour recycler des matériaux polymères comprend plusieurs étapes de séparation mécanique (B), de première séparation par densité (C), de nettoyage intensif des matériaux polymères (E), de deuxième séparation par densité (G, V), de troisième séparation par densité (M, W) et le cas échéant de quatrième séparation par densité (G<sub>a</sub>, G<sub>b</sub>). On utilise d'autres étapes moins indispensables de mouillage (A), de broyage (D), de séparation à flux d'air (K), de séchage (I), de tri électrostatique (Z), et de trioptique (Z<sub>a</sub>) pour optimiser et affiner la séparation. Des matériaux polymères provenant de déchets ou du broyage de véhicules automobiles sont séparés, du polyéthylène, du polypropylène, du polystyrène et des ABS sont recyclés.</p>			

**UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UG	Ouganda
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	US	Etats-Unis d'Amérique
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	UZ	Ouzbékistan
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	VN	Viet Nam
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	YU	Yougoslavie
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	ZW	Zimbabwe
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande		
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakhstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

PROCEDE ET INSTALLATION  
POUR SEPARER DES MATERIAUX POLYMERES

DESCRIPTION

5

La présente invention concerne un procédé destiné à séparer des matériaux polymères provenant de déchets.

L'invention concerne en outre une installation destinée à mettre en oeuvre le procédé pour séparer des matériaux 10 polymères.

L'industrie du recyclage s'intéresse à la récupération sélective de matériaux polymères par exemple tels que le 15 polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), l'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS), le polystyrène (PS), le polychlorure de vinyle (PVC), les polyuréthannes (PU), et d'autres encore. L'invention concerne un procédé par étapes et une installation correspondante qui assurent la valorisation de matériaux polymères usagés provenant de 20 tous types de déchets et plus particulièrement de véhicules automobiles. Il s'agit dès lors de réaliser une séparation très sélective de mélanges de matériaux polymères selon leurs composants, et aussi la transformation de ces derniers en matériaux que l'on peut réutiliser ou 25 réintroduire dans un nouveau cycle de fabrication.

Etat de la technique

Le triage des matériaux polymères peut être réalisé de plusieurs façons. Il existe le tri manuel, le tri après 30 broyage cryogénique, le tri avec les procédés électrostatiques, le tri par analyse infrarouge ou par rayonnement laser, le tri par densité, le tri selon la couleur et selon les formes. On s'intéresse ici plus particulièrement au tri de grandes quantités de matériaux 35 polymères de différentes natures.

On connaît d'après le DE-A-43 29 270 une installation pour assurer le recyclage de matériaux polymère comprenant

- 2 -

notamment un broyeur, un bassin d'entraînement pour éliminer les matériaux les plus lourds, un séparateur par flux d'air pour séparer les polymères sous forme de feuilles, puis des séparateurs par densité. D'une part, 5 dans le bassin d'entraînement, des matériaux polymères de densité supérieure à 1 peuvent être éliminés malgré leurs avantages et d'autre part, il n'y a aucun nettoyeur de matériaux polymères. Ce nettoyeur s'avère indispensable dans le cas de déchets provenant de décharges publiques ou 10 de casses automobiles.

Le US-A-4 728 045 décrit un procédé de récupération des matériaux synthétiques provenant de bouteilles en matériaux polymères. Sont réalisés successivement un broyage, une séparation par flux d'air pour éliminer les matériaux 15 légers tel le papier et le PP sous forme de film, deux séparations par flottation en milieu à densité précise pour séparer le PE du polyéthylène-téréphthalate (PET) et une nouvelle séparation aérodynamique. Ce procédé n'est applicable qu'aux bouteilles en matériaux polymères dont la 20 composition en matériaux polymères est déterminée au départ de façon précise.

On connaît d'après le WO-A-92 22 380 un procédé pour séparer des matériaux polymères provenant de récipients. Ce procédé comprend une étape de broyage, une étape de 25 séparation par flux d'air, une étape de nettoyage des matériaux, plusieurs étapes de séparation par densité. Ce procédé n'est applicable qu'à un type de substrat de départ dont la composition en matériaux polymères est connue de manière précise.

30 Le document Kunststoffberater, 38, Juin 1993, N° 6, pages 26 à 30, décrit une installation comprenant un broyeur, un laveur et des séparateurs par densité. Le laveur possède un dispositif à tambour rotatif. Mais, le substrat au départ contient de 95 à 100 % de PVC et de 0 à 35 5 % d'impuretés. Cette installation n'est orientée que pour la séparation des PVC.

Le document *Kunststoffe* 80 Avril 1990, N° 4, pages 493 à 495, décrit une installation pour séparer des matériaux polymères sensiblement identique à la précédente comprenant un broyeur, un dispositif de nettoyage sous la forme d'un 5 tambour rotatif avec des buses et des séparateurs par densité.

On connaît d'après le FR-A-2 599 279 un procédé pour séparer des matériaux polymères. Après broyage et lavage, il y a centrifugation dans un hydrocyclone, puis tri grâce 10 à un crible à secousse.

Le AT-363 051 présente un procédé pour récupérer des matériaux synthétiques qui consiste en un broyage, une première flottation, un lavage et à nouveau un broyage suivi directement d'une seconde flottation. Ces procédés 15 donnent des résultats insuffisants en terme de qualité des matériaux polymères obtenus après séparation.

Mais aucun de ces procédés cités ne donnent de résultats satisfaisants. Ils sont lents ou nécessitent au départ un investissement très important. Ils sont également 20 inapplicables au triage à débit important et ne sont donc pas directement adaptables à l'échelle industrielle.

Ainsi, il apparaît qu'aucun processus de séparation de l'art antérieur n'est utilisable pour le triage de mélanges d'une large variété de matériaux polymères provenant du 25 broyage de véhicules automobiles ou d'autres sources de déchets.

#### Exposé de l'invention

Le problème posé est de réaliser un procédé et une 30 installation correspondante de séparation de mélanges complexes de matériaux polymères de tous types, efficace à l'échelle industrielle, et qui donne un degré de pureté des matériaux polymères voisin du degré de pureté des matériaux polymères de première fusion.

35

Le but de l'invention est de pallier le manque d'efficacité des techniques existantes, en utilisant et en

plaçant de façon adéquate une nouvelle phase de séparation mécanique supplémentaire dans une succession d'étapes de nettoyage et de séparations par densité.

5        Suivant l'invention, le procédé pour séparer des matériaux polymères provenant de déchets comprend une étape de broyage et est caractérisé par les quatre étapes suivantes, pouvant être mises en oeuvre selon un ordre quelconque : une étape de séparation mécanique, une étape 10 de nettoyage, et au moins deux étapes de séparation par densité.

15        Ces quatre étapes principales peuvent être organisées selon 24 possibilités différentes. On peut commencer par une étape de séparation mécanique, suivie selon un ordre quelconque des autres étapes prévues. Ou bien, le procédé peut également commencer par une étape de séparation par densité, suivie selon un ordre quelconque des autres étapes prévues.

20        De préférence, une étape de séparation mécanique est suivie d'une première étape de séparation par densité, puis d'une étape de nettoyage des matériaux polymères et d'une deuxième étape de séparation par densité. L'on propose également, une étape de séparation mécanique suivie d'une 25 première étape de séparation par densité, puis d'une deuxième étape de séparation par densité et d'une étape de nettoyage des matériaux polymères. Ou encore, une étape de séparation mécanique est suivie d'une étape de nettoyage des matériaux polymères, puis d'une première étape de 30 séparation par densité et d'une deuxième séparation par densité. Ou bien, une première étape de séparation par densité est suivie d'une étape de séparation mécanique, puis d'une étape de nettoyage des matériaux polymères et d'une deuxième étape de séparation par densité. Ou encore, 35 une première étape de séparation par densité est suivie d'une étape de séparation mécanique, puis d'une deuxième étape de séparation par densité et d'une étape de nettoyage

des matériaux polymères. Mais également, une première étape de séparation par densité est suivie d'une étape de nettoyage des matériaux polymères, puis d'une séparation mécanique et d'une deuxième séparation par densité.

5 L'étape de séparation mécanique se fait notamment grâce à des moyens de criblage comprenant une grille calibrée qui permettent l'élimination de toutes les matières de taille trop importante.

10 Toutes les étapes de séparation par densité se font de préférence par une opération de flottation en milieu liquide. Les matériaux polymères mélangés sont plongés dans un bain. On contrôle et on ajuste la densité du bain, ce qui permet de séparer un matériau qui va surnager, à densité inférieure à celle du milieu liquide, d'un autre 15 matériau qui va couler, à densité supérieure à celle du milieu liquide. On récupère les matériaux intéressant que l'on soumet ensuite à de nouveaux traitements. Les séparations par densité peuvent se faire également grâce à un dispositif mécanique comprenant une table densimétrique.

20 L'étape de nettoyage des matériaux polymères permet à ceux-ci de retrouver une surface identique à la surface de matériaux de première fusion, c'est à dire une surface exempt de couches altérées, de peinture, de graisse... Le nettoyage est réalisé en milieu liquide, de préférence sous 25 agitation énergique, à température élevée, en milieu liquide à compositions précises.

Dans le procédé, les étapes de séparation permettent de séparer d'une part des matériaux polymères ayant une densité inférieure à 1, notamment des polyoléfines, et plus 30 particulièrement du PP et du PE et d'autre part des matériaux polymères ayant une densité supérieure à 1, notamment des styréniques, et plus particulièrement du PS et des ABS.

Pour affiner encore la séparation, éliminer le maximum 35 d'impuretés de toutes tailles et de tout matériaux, et pour obtenir un procédé optimisé, on peut intercaler d'autres étapes de purifications supplémentaires parmi les

principales étapes. Une étape de mouillage, de broyage, une étape de séparation à flux d'air pour éliminer les particules les plus légères, une étape de tri électrostatique, une étape de tri optique, une étape de 5 séparation par densité grâce à un dispositif mécanique, une étape de rinçage et d'égouttage, une étape de centrifugation pour éliminer tout liquide, une étape de séchage et une étape de stockage en silo sont placées de façon adéquate dans la chaîne.

10 Pour obtenir des matériaux séparés de meilleure qualité et de façon à améliorer leurs propriétés mécaniques respectives, on centrifuge et on sèche si les polymères sont humides, puis on homogénéise, on extrude, on centrifuge, on calibre, on homogénéise à nouveau et 15 finalement on ensache les matériaux polymères purifiés obtenus.

Grâce à l'invention, la succession précise de chacune des étapes de séparation permet d'obtenir à la fin du procédé des matériaux polymères extrêmement purifiés.

20 Selon un second aspect de l'invention, une installation est caractérisée en ce qu'elle comporte de préférence les dispositifs, de broyage, de séparation par densité avec flottation, de séparation mécanique, de séparation électrostatique, de séparation par tri optique, de 25 séparation à flux d'air, de nettoyage, de séparation par densité à dispositif mécanique, de mouillage, de rinçage et d'égouttage, de centrifugation, de séchage, d'homogénéisation, de stockage, d'extrusion, de calibrage et d'ensachage. Ces dispositifs se succèdent dans 30 l'installation selon l'ordre préférentiel donné par le procédé de séparation. Les dispositifs qui précèdent alimentent les dispositifs suivants.

35 Description détaillée de l'invention  
D'autres avantages du procédé et de l'installation selon l'invention apparaîtront à la lecture de l'exemple de

réalisation détaillé de l'invention, en se référant aux dessins donnés à titre d'illustration, dans lequel :

- la figure 1 représente un organigramme du procédé de l'invention comprenant une première et une deuxième partie 5 correspondant respectivement à une première et à une deuxième partie de l'installation ;
- la figure 2 représente un organigramme du procédé de l'invention comprenant une première et une troisième partie correspondant respectivement à une première et à une 10 troisième partie de l'installation ;
- la figure 3 représente une première partie de l'installation mettant en oeuvre le procédé de l'invention ;
- la figure 4 représente une deuxième partie de l'installation mettant en oeuvre le procédé de l'invention, 15 plus particulièrement destinée à la séparation de matériaux polymères de densité inférieure à 1 ;
- la figure 5 représente une troisième partie de l'installation mettant en oeuvre le procédé de l'invention, 20 plus particulièrement destinée à la séparation de matériaux polymères de densité supérieure à 1.

Pour une voiture, un camion, ou un autobus, on élimine les fluides, on écrase, puis on broie. Tous les morceaux 25 métalliques libres sont séparés des parties non métalliques par des techniques habituelles. Par criblage, on élimine les matières minérales, le verre et la terre. On récupère ensuite un important gisement 2 de matériaux polymères de densité inférieure par exemple à 1,25. Ces matériaux 30 polymères sont broyés entre 8 et 100 mm, de préférence à 25 mm. En cas de besoin, on refait un broyage à 25 mm, et on refait une opération de présélection pour éliminer tout ce qui a une densité supérieure à 1,25.

C'est à ce stade que commencent les étapes de recyclage 35 des matériaux polymères. Il reste des morceaux de bois, de la terre adhérant aux matériaux polymères, des goudrons, du papier... Dans toute l'installation 1 qui va être décrite

ci-dessous, des bandes de convoyage, des systèmes à vis, des transports pneumatiques, représentés uniquement sous la forme de flèches à pointe noircie, permettent de transporter de manière continue et à grande vitesse les 5 matières d'un dispositif à l'autre. Toutes les étapes de A à Z et leurs dispositifs correspondants fonctionnent en continu, ou également par fournée selon le débit respectif de chacun des dispositifs. La suite des étapes donnée ci-après a donné des résultats particulièrement intéressants.

10 Tout d'abord, dans une première partie de l'installation 1, on va densifier du bois présent parmi le matériau polymère, afin de lui donner une densité supérieure à 1, pour l'éliminer ensuite par une séparation selon le critère de la densité. Pour cela, on réalise un 15 mouillage A par un dispositif 3 qui asperge de l'eau sur le tas de déchets 2. On peut également procéder par immersion des déchets ou bien faire mécaniquement un défibrage du bois, par trituration, par exemple à l'aide d'une turbine. On peut utiliser pour le trempage une solution alcaline à 20 base de KOH ou de NaOH qui a pour but de commencer une hydrolyse des fibres de cellulose du bois. L'objectif est de déstructurer cette matière afin de lui donner une densité supérieure à 1.

On élimine ensuite les parties 4 telles que les 25 mousses, les PU alvéolaires, les caoutchoucs alvéolaires, les textiles, les fils, le PS expansé, les déchets de film en matériaux polymères, le bois par une sélection mécanique B. Cette opération est une séparation par facteur de forme. Un dispositif de criblage permet de réaliser ce tri. Il 30 comprend par exemple un tambour 6 rotatif ayant une grille calibrée dont la maille a une taille par exemple de 10 mm de large sur 25 cm de long. On retient en vue de l'élimination tout ce qui n'a pas une forme de plaquette, donc tout ce qui n'a pas été correctement déchiqueté lors 35 d'un broyage précédent. On poursuit le traitement avec toutes les matières qui passent au travers de ce trieur 6.

Puis, on réalise une première opération de séparation par densité C avec flottation dans un séparateur hydraulique 7. La densité choisie est sensiblement égale à 1, le milieu de flottation étant de l'eau.

5 Sont récupérés et traités dans une deuxième partie de l'installation 1 qui va être décrite ci-dessous, les flottants 8 et les polymères non chargés en minéraux avec  $d \leq 1$  notamment du ou des :

- 10 - PE ( $d = 0,92$  à  $0,95$ ),
- PP ( $d = 0,9$ ),
- éthylène-vinyl-acétate EVA,
- copolymères éthylène-propylène, propylène-éthylène-propylène-caoutchouc, éthylène-propylène-diène-monomère EPDM,
- 15 - mousse de PE, mousse de PP,
- PU mousse ( $d = 0,02$  à  $0,035$ ).

Tous les matériaux et polymères non expansés 9 possédant une densité supérieure à 1 vont être dirigés et traités dans une troisième partie de l'installation 1 qui 20 va être décrite en dernier. Il s'agit notamment du ou des :

- PS non chargé ( $d = 1,05$ ) ;
- ABS non chargé ( $d = 1,07$ ) ;
- PVC
- polycarbonates PC
- 25 - caoutchoucs, sauf caoutchoucs alvéolaires thermodurcissables ;
- polyoléfines chargées avec  $d > 1$ , PP chargé 20 % talc ( $d = 1,05$ ) ;
- PU chargés ( $d = 1,21$ ) ;
- 30 - PE chargé ;
- polyesters insaturés ( $d = 1,10$  à  $1,3$ ) ;
- polyesters saturés ( $d \geq 1,2$ ), chargés ou non chargés en fibres de verre ;
- polyamides, PA<sub>6</sub> ( $d = 1,13$ ), PA<sub>6,6</sub> ( $d = 1,14$ ), PA<sub>6,10</sub> ( $d = 1,08$ ), PA<sub>11</sub> ( $d = 1,04$ ), PA<sub>12</sub> ( $d = 1,02$ ), 35 chargés ou non chargés ;
- polyméthacrylate de méthyle PMMA ( $d = 1,18$ ).

Dans la deuxième partie de l'installation 1, on traite le surnageant qui comprend également des matériaux non désirés tel que du bois, des mousses, des tissus, des 5 fibres et des textiles.

On dirige ainsi ce qui flotte dans un broyeur 11 pour une étape de réduction D. Les grilles ont une taille de 8 à 100 mm avec pour optimum 12 mm. Les opérations B et C précédentes ont pour premier objectif d'éviter de broyer 10 n'importe quelle matière par exemple des clous, des cailloux..., et pour deuxième objectif de réaliser des économies d'énergie en faisant diminuer la quantité de matière à broyer.

On peut également réaliser après ce broyage une étape 15 de mouillage tout à fait identique à l'étape de mouillage A et à ses variantes décrites ci-dessus. L'étape de mouillage A doit précéder le plus près possible une séparation hydraulique.

A ce niveau intervient une étape de nettoyage E 20 intense. Cette opération est capitale car elle permet aux matériaux polymères sous la forme de substrat de retrouver leur surface native. En effet, ceux-ci sont très souvent souillés par des goudrons, de la terre, des résidus de plomb, des huiles, du liquide de refroidissement, de 25 l'acide, du gas-oil, de l'essence. De plus, les surfaces des matériaux polymères sont soit recouvertes de peinture (cas des pare-chocs en PP), soit attaquées par des agents chimiques, soit oxydées, soit altérées par les rayons U.V. ou bien encore vieillies. Tout ces facteurs modifient les 30 tensions superficielles de surface et ne permettent pas la pleine efficacité des séparations ultérieures par flottation. Le traitement pour décaper est nécessaire si l'on veut que les matériaux polymères obtenus en fin de séparation aient les mêmes propriétés physico-chimiques que 35 des matériaux polymères vierges. De ce fait, les morceaux sont introduits dans un ou plusieurs appareils à laver 12 et à triturer. Ces derniers comprennent par exemple une ou

plusieurs cuves fixes, des palles rotatives et de puissants moyens moteurs pouvant développer 0,05 à 0,5 kWh par kg de matière à traiter, par exemple de marque Wemco®. On ajoute dans les cuves un milieu liquide composé d'eau, d'un agent 5 de nettoyage et éventuellement d'un agent d'abrasion. L'opération de lavage E est réalisée en milieu le plus concentré possible, à température ambiante ou mieux encore à chaud, l'eau pouvant être amenée à ébullition grâce à la chaleur dissipée par les moteurs.

10 La composition du milieu de nettoyage peut être :  
- mélange de matériaux polymères de 50 à 70 % en poids ;  
- phase liquide de 30 à 50 % en poids comprenant :  
- eau 50 à 100 % en poids,  
- agent nettoyant 0 à 20 % en poids, par exemple soude, potasse, carbonate de sodium, savons biodégradables non moussants de marque Akypo MB 2621 S® fournis par la société Chemy,  
- agent mouillant (à base d'alcools gras modifiés par oxyde d'éthylène et/ou oxyde de propylène) ; et  
20 - agent d'abrasion 0 à 30 % en poids par exemple des minéraux tels que de la poudre de carbonate de calcium, du talc, de la silice, de l'alumine.

A la sortie, les matériaux polymères sont rincés à 25 l'eau et s'égouttent pendant l'étape F, par exemple dans la vis d'extraction 13. L'eau récupérée peut être réinjectée dans l'appareil à laver 12.

Puis intervient une deuxième étape de séparation par densité avec flottation G dans un séparateur 14. Celle-ci 30 se fait en milieu liquide de densité sensiblement égale à 1, le liquide étant de l'eau. La matière qui coule 16, de densité supérieure à 1, est éliminée. Ce tri permet de parfaire la sélection déjà commencée lors de la première séparation par flottation C. Les surfaces des matériaux 35 polymères sont nettoyées lors de l'étape E, ce qui permet de faire plonger les matériaux 16, dont des artefacts leur attribuaient de fausses densités inférieures à 1. On peut

réaliser à ce niveau un tri par densité plus fine. Les différentes classes de matériaux polymères sont séparées par cette méthode, si la densité du milieu liquide est ajustée de façon précise. Il y a aussi élimination par 5 coulage des matériaux 16, sables résiduels auparavant collés au PE et au PP et surtout de la plus grosse partie du bois. Cette matière a été véritablement érodée, dilacérée, et imbibée de liquide lors de l'étape de trituration précédente, lui donnant ainsi une densité 10 supérieure à 1.

Le dispositif de triage 6 de l'étape B peut également être placé à d'autres endroits dans la chaîne de valorisation, par exemple après l'étape de flottation C (flèches 17 montrant la succession A, C, B, D).

15 Ensuite, on réalise pour les matériaux polymères surnageants un rinçage et une centrifugation H dans une centrifugeuse 18 pour éliminer le liquide restant.

Un séchage I en continu est ensuite accompli. Cette opération peut être effectuée avec différents appareils.

20 Par exemple, on peut utiliser un sécheur à lit fluidisé 19, un sécheur flash, un séchage dans un trituateur de type Wemco®, où l'élévation de température est réalisée grâce à l'énergie mécanique d'agitation, un sécheur à contre-courant de type Voom®.

25 La masse résultante est stockée J dans un silo tampon 21, utile si la chaîne tombe en panne ou en cas d'arrêt pour entretien et maintenance.

A ce niveau est placée une étape, éventuellement facultative, de séparation avec flux d'air K. Cette étape 30 doit être placée après une étape de séchage I. Le séparateur 22 permet l'élimination de toutes les matières légères 23, telles que les poussières restées adhérentes, les petites fibres et mousses ainsi que les fines particules de bois restantes.

35 Une étape de tri mécanique par densité L permet de parfaire la séparation. Elle se fait de préférence dans un dispositif mécanique 24 de table densimétrique à secousse

provenant par exemple de la société Herbold (Allemagne) ou de la société Eldan (Danemark), où est rejetée la charge circulante 26. Toutes les matières légères circulantes 26 restantes, bois, mousses, caoutchouc, et impuretés sont 5 éliminées.

En phase finale de triage, on a placé une dernière étape de séparation par densité M pour séparer deux matériaux particulièrement intéressants et à forte valeur ajoutée parmi les densités inférieures à 1 : ce sont les 10 deux polyoléfines PE et PP. De préférence, on réalise une flottation M, équivalente à la flottation G. La densité du PP est de 0,9 et la densité du PE est de 0,92 à 0,95. La séparation se fait dans un séparateur 27 en milieu liquide de densité réglée de manière très précise, et de ce fait 15 comprise entre 0,9 et 0,95. Le milieu liquide comprend de préférence de l'eau et un alcool choisi parmi le méthanol, l'éthanol, un alcool de vin, un alcool dénaturé, ou de l'alcool à brûler. Le degré du mélange eau-alcool utilisé est compris entre 55 et 60°. Le contrôle est réalisé à 20 l'aide d'un pèse-alcool. Le réglage du degré d'alcool permet d'optimiser la densité du milieu pour obtenir une séparation la plus sélective possible. Le lavage intensif G qui a été réalisé précédemment permet un contact optimal entre la surface native des matériaux polymères à traiter 25 et le milieu à densité choisie. Un agent mouillant est aussi ajouté dans le milieu à raison de 0,1 à 0,2 % en poids. La présence de cet agent mouillant améliore notablement la séparation. De l'Antarox-FM3® de la société Rhône-Poulenc a été préférentiellement utilisé. On comprend 30 mieux l'intérêt des étapes précédentes de centrifugation H et de séchage I afin que la densité du milieu liquide finement réglée dans le séparateur 27 ne soit pas modifiée par un apport d'eau parasite. Le mélange PP-PE introduit est séparé de façon quasi parfaite. La matière surnageante 35 28, récupérée vers le haut, est composée de PP et la matière qui coule 29, récupérée dans la partie basse, est composée de PE.

Le processus peut s'arrêter à l'étape J de stockage en silo 21, si l'on désire commercialiser uniquement un mélange de polyoléfines. Notons que l'étape M peut directement être mise à la suite de l'étape de 5 centrifugation H dans le cas où l'on a des déchets sans produits légers ; si les étapes I à L sont supprimées, H est suivie de M, avec la flèche 30.

L'étape M peut être supprimée. Le tri mécanique par densité L avec une table à secousse 24 peut servir à 10 séparer les deux matériaux polymères précités selon leur densité qui leur est propre. Le procédé peut s'achever ainsi à ce niveau par l'obtention de PE et de PP purs, respectivement 31 et 32.

Le PP 28, 32 et le PE 29, 31 triés grâce à cette 15 installation peuvent être soit commercialisés en vue d'une utilisation directe, soit immédiatement subir de nouvelles étapes de traitement N à U. On procède notamment à une extrusion qui permet d'obtenir pour les matériaux polymères ainsi traités, des propriétés mécaniques quasi identiques à 20 celles des matériaux polymères vierges.

A ce stade, la figure 4 ne représente que l'installation nécessaire au traitement d'un seul matériau le PP 28, étant entendu que l'autre matériau le PE 29 est traité de la même façon, en suivant les mêmes étapes de N à 25 U mises en oeuvre par les mêmes dispositifs (représentation en pointillés dans la figure 4).

Les phases PP 28, 32 et PE 29, 31 sont donc séparément centrifugées N dans une centrifugeuse 33, pour ramener la quantité de liquide à environ 1 à 2 %. Elles sont séchées 30 O dans un sécheur 34, par exemple identique au sécheur utilisé dans l'étape I.

Elles sont homogénéisées P par circulation dans un silo 36 qui sert également au stockage.

Elles sont extrudées Q dans une extrudeuse 37 pour 35 fabriquer des granulats. Il y a encore une filtration de 20 à 300 µm en cours pour éliminer les ultimes impuretés. On peut y voir là un test pour savoir si le produit à extruder

est pur. Différents agents peuvent être également introduits : colorants, anti-U.V., etc. Entre le stockage P et l'extrusion Q, on peut éventuellement placer une étape de séparation à flux d'air pour éliminer les fibres et 5 poussières (non représentée).

Les phases PE et PP sont centrifugées R dans une centrifugeuse 38 pour éliminer l'eau de refroidissement des granulés.

10 Les phases sortant sous forme de granulés sont calibrées S dans un calibreur 39 pour l'élimination des fins et des agglomérats.

15 Elles sont à nouveau homogénéisées T dans un silo 41 d'homogénéisation et de stockage. En étape finale U, elles sont mises en sacs d'environ 50 l dans une machine à ensacher 42.

Le PP 43 et PE 44 sortent en tant que produits finis d'excellente qualité, et peuvent être utilisés dans les applications habituelles de ces polyoléfines.

20 Dans une troisième partie de l'installation 1, les polymères de densité supérieure à 1, que l'on désire récupérer dans les résidus de broyage automobile sont notamment des styréniques et plus particulièrement du PS et de l'ABS. Parmi ceux-ci, on trouve également d'autres 25 déchets, des pierres, des clous...

Du séparateur 7, on passe les coulants 9 par une opération de séparation par densité V avec flottation dans un séparateur hydraulique 46. La densité choisie est sensiblement égale à 1,05. Le PS 47 flotte, mais également 30 des polypropylènes chargés talc à 10 - 20 %, du bois, des fibres. L'ABS 48 coule, mais également du polyméthacrylate de méthyle, d'autres polymères, du bois, des mousses denses et tous matériaux jusqu'à une densité de 1,25. Le milieu liquide du séparateur hydraulique contient de l'eau, des 35 agents mouillants, et des composés minéraux tels que des argiles, de la bentonite, ou des composés solubles tels que des sels... , composés utilisés pour augmenter la densité

de l'eau. On utilise de préférence de l'argile de carrière. Cette dernière est mise en suspension dans l'eau et on élimine les particules les plus lourdes qui s'accumulent au fond du récipient afin d'obtenir un milieu homogène. On 5 ajuste ensuite la densité en rajoutant de l'eau. Le rôle de l'agent mouillant est également de maintenir en suspension l'argile. L'agent utilisé est du Coatex SP 30 S®.

On va décrire à présent la chaîne de purification de l'ABS 48. On conduit l'ABS et ce qui coule 48 vers une 10 troisième opération de flottation W dans un séparateur hydraulique 49. Celle-ci se fait en milieu liquide de densité sensiblement égale à 1,1. Le liquide a une composition identique à la composition décrite pour le milieu du séparateur 46 de l'étape V, seule la quantité 15 d'argiles par unité de volume est supérieure. La matière qui coule 51 comprend des pierres, de la terre, des polypropylènes chargés 30 - 40 %. A cette densité l'ABS flotte, mais également du bois.

Puis, on rince X en arrosant l'ABS qui flotte dans la 20 vis de transport 52, on l'égoutte et on le centrifuge, pour en éliminer complètement l'argile adhérente.

On dirige ensuite l'ABS dans un broyeur 53 pour une étape de réduction D, identique au broyage D déjà décrit. Les grilles ont une taille de 8 à 100 mm avec pour optimum 25 12 mm. L'opération W précédente a pour premier objectif d'éviter de broyer n'importe quelle matière par exemple des clous, des cailloux..., et pour deuxième objectif de réaliser des économies d'énergie en faisant diminuer la quantité de matière à broyer.

30 On peut également réaliser après ce broyage D une étape de mouillage tout à fait identique à l'étape de mouillage A et à ses variantes décrites ci-dessus. L'étape de mouillage A doit précéder le plus près possible une séparation hydraulique.

35 Puis, à ce niveau intervient une étape de nettoyage E intense pour les matériaux qui flottent 48 (ABS). Cette opération qui permet aux ABS de retrouver leur surface

native, est identique à l'opération E déjà décrite ci-dessus, avec l'utilisation d'un ou plusieurs appareils à laver 54 et d'un milieu de nettoyage à composition identique.

5 A la sortie, les matériaux polymères sont rincés à l'eau et s'égouttent pendant l'étape F, par exemple dans la vis d'extraction 56. L'eau récupérée peut être réinjectée dans l'appareil à laver 54.

Puis intervient une quatrième étape de séparation par 10 densité avec flottation G<sub>a</sub> dans un séparateur 57. Celle-ci se fait en milieu liquide de densité sensiblement égale à 1,07. Le liquide a une composition identique à la composition décrite pour le milieu du séparateur 46 de l'étape V, seule la quantité d'argiles par unité de volume 15 est supérieure. La matière qui flotte 58 (bois, et autres déchets) est éliminée. A cette densité l'ABS 48 coule. Ce tri permet de parfaire la sélection déjà faite lors de la deuxième séparation par flottation W de la troisième partie de l'installation 1. Les surfaces des matériaux polymères 20 sont nettoyées lors de l'étape E, ce qui permet de faire flotter les matériaux 58, dont des artefacts leur attribuaient de fausses densités supérieures à 1,07.

Ensuite, on réalise un rinçage Y par arrosage des polymères dans la vis de transport 59 pour éliminer toute 25 l'argile, on réalise un égouttage et on réalise une centrifugation H de la matière polymère ABS surnageante dans une centrifugeuse 61 pour éliminer le liquide restant.

Un séchage I en continu est ensuite accompli avec le même 62 ou avec des appareils différents du séchage décrit 30 pour les polyoléfines.

La masse résultante est stockée J dans un silo tampon 63.

A ce niveau est placée une étape, éventuellement facultative, de séparation avec flux d'air K. Cette étape 35 doit être placée après une étape de séchage I. Le séparateur 64 permet l'élimination de toutes les matières légères 66, telles que les poussières restées adhérentes,

les petites fibres et mousses ainsi que les fines particules de bois restantes.

Une étape de tri mécanique par densité L permet de parfaire la séparation. Elle se fait de préférence dans un 5 dispositif mécanique 67 de table densimétrique à secousse, décrite plus haut, où est rejetée la charge circulante 68. Toutes les matières légères circulantes 68 restantes, bois, mousses, caoutchouc, et impuretés sont éliminées. Est également éliminé par ce dispositif du PP chargé à 30 % de 10 talc.

On peut également supprimer ce dernier produit parasite 69 en rajoutant une étape Z facultative de tri électrostatique à table électrostatique trieuse 71 par exemple de la société Hamos Recycling Technique 15 (Allemagne).

L'ABS 72 obtenu après L et/ou Z peut être commercialisé directement.

La figure 5 ne représente que l'installation nécessaire au traitement du matériau ABS 48. Or, lors de l'étape V 20 précédente, on a récupéré dans le flottant du PS 47, dont on va décrire à présent la chaîne de purification.

Le PS 47 est traité sensiblement de la même façon, en suivant les mêmes étapes de X, D, E, F, G, Y, H à L mises en oeuvre par les mêmes dispositifs (représentation en 25 pointillés dans la figure 5). Seule l'étape W de séparation par densité et son dispositif 49 correspondant est supprimée. On peut monter une seconde chaîne de dispositifs 52, 53, 54, 56, 57, 59, 61, 62, 63, 64, 67 en parallèle avec la première, ou bien mettre en oeuvre ces étapes par 30 campagne et alternativement stocker les matériaux polymères ABS 48 ou PS 47. Cette dernière solution est avantageuse s'il y a une importante différence dans le débit d'arrivée des matériaux polymères entre ABS 48 et PS 47.

Donc, après broyage D, après nettoyage E, égouttage F, 35 on réalise, pour affiner la purification du PS 47, une étape G<sub>b</sub> de séparation par densité avec flottation en milieu liquide. La densité est sensiblement égale à 1,05,

- 19 -

identique à la densité de l'étape de flottation V. Coulent en 58<sub>a</sub> pour être éliminés, des matériaux tels que bois, produits mixtes avec métaux,... et, tous produits à densité modifiée par le nettoyage E. Le PS est rincé en Y dans la 5 vis de transport 59, pour éliminer toute l'argile, puis est égoutté.

Les étapes H à L restent identiques à celles décrites. Le PS sortant contient encore des polyoléfines chargées à 20 % maximum avec  $1 < d \leq 1,05$ . Le plus souvent, du PE et 10 du PP chargés sont de couleur noire. Par contre, du PS est de couleur blanche, surtout lorsqu'il provient de déchets d'appareils électroménagers. On réalise ainsi un tri optique Z<sub>a</sub> dans un banc 73, provenant par exemple de la société Sortex, pour éliminer ces matériaux polymères 15 chargés 74. On peut éventuellement réaliser cette séparation Z<sub>a</sub> par tri électrostatique.

Le PS 76 obtenu après L et/ou Z<sub>a</sub> peut être commercialisé directement.

Dans certains cas particuliers, certaines étapes, parmi 20 les étapes précédentes de la deuxième ou de la troisième partie de l'installation 1, ne sont pas indispensables. Citons par exemple, l'étape D de broyage plus fin. Le processus peut s'arrêter à l'étape J de stockage en silo 63. Notons que les étapes Z et Z<sub>a</sub> peuvent directement être 25 mises à la suite de l'étape de séchage I dans le cas où l'on a des déchets sans produits légers ; si les étapes J à L sont supprimées, I est suivie de Z ou Z<sub>a</sub>, avec la flèche 40.

Les séparateurs hydrauliques 7, 14, 27, 46, 49, 57 30 utilisés sont dit statiques. Ils peuvent être remplacés par des séparateurs hydrauliques dit dynamiques ou ceux comprenant une pompe et un cyclone pour réaliser un flux de triage circulant. Tous les séparateurs hydrauliques par flottation 7, 14, 27, 46, 49, 57 peuvent être remplacés par 35 des tables de séparation à secousses 24, 67, mais les matériaux que l'on y introduit doivent être secs. Tous les séparateurs hydrauliques par flottation 7, 14, 27, 46, 49,

57 peuvent également être remplacés par des séparateurs électrostatiques, par exemple de la société Hamos Recycling Technique (Allemagne). On peut aussi réaliser ou affiner la purification des fractions PE-PP et PS-ABS grâce à un  
5 broyage cryogénique donnant des particules de dimensions différentes selon le matériau polymère. Toutes les possibilités d'utilisation des dispositifs précédemment cités pour réaliser une séparation selon une propriété mécanique ou chimique des matériaux polymères sont  
10 ouvertes.

L'ABS 72 et le PS 76 peuvent subir de nouvelles étapes de traitement P à U afin d'améliorer encore leur degré de pureté et leurs propriétés mécaniques. De manière analogue aux polyoléfines séparées dans la deuxième partie de  
15 l'installation, on procède notamment à une extrusion qui permet d'obtenir pour les matériaux polymères ainsi traités des propriétés physiques quasi identiques à celles de matériaux polymères vierges.

A ce stade, la figure 3 ne représente que  
20 l'installation nécessaire au traitement d'un matériau ABS 72, étant entendu que l'autre matériau PS 76 est traité de la même façon, en suivant les mêmes étapes de P à U mises en œuvre par les mêmes dispositifs (représentation en pointillés dans la figure 5).

25 Les phases ABS 72 et PS 76 sont donc séparément homogénéisées P par circulation dans un silo 77. Elles sont extrudées Q dans une extrudeuse 78 avec filtration de 20 à 300 µm. Entre le stockage P et l'extrusion Q, on peut éventuellement placer une étape de séparation à flux d'air  
30 pour éliminer les fibres et poussières (non représentée). On comprend l'intérêt de toutes les étapes de rinçage précédentes mises en place pour éviter l'introduction d'argile dans l'extrudeuse 78. Les phases ABS et PS sont ensuite séparément centrifugées R dans une centrifugeuse  
35 79. Les phases sortant sous forme de granulés sont calibrées S dans un calibreur 81 pour l'élimination des fins et des agglomérats. Elles sont à nouveau homogénéisées

- 21 -

T dans un silo 82. En étape finale U, elles sont mises en sacs d'environ 50 l dans une machine à ensacher 83.

L'ABS 84 et le PS 86 sortent en tant que produits finis d'excellente qualité, et peuvent être utilisés dans les 5 applications habituelles de ces styréniques.

Tous les dispositifs destinés à la mise en oeuvre des étapes communes D à L, P à U, à la deuxième et à la troisième partie de l'installation 1 peuvent être prévus en un seul exemplaire, le procédé s'effectuant alors par 10 fournées, ou en plusieurs exemplaires, par exemple deux exemplaires de chaque dispositif respectivement dans la deuxième et la troisième partie de l'installation. De ce fait, les paramètres d'optimisation de séparation de ces 15 appareils vont changer (densité, températures d'extrusion, etc.).

### Résultats

Le Tableau 1 donne une évaluation des pourcentages des 20 différents produits, du PP 28 et du PE 29 récupérés avec le procédé et l'installation 1, à partir de 100 % de résidus de broyage automobile (R.B.A.).

25

Tableau 1

Produits obtenus	% de récupération
Mousses et légers	19
Mousses et légers	2
Polymères avec $d > 1$	64
Mélange PP-PE avec $d < 1$	15 (100 %)
PP	67
PE	33

- 22 -

Le Tableau 2 donne les propriétés mécaniques du PE vierge et du PE 29, 44 récupérés avec le procédé et l'installation 1 correspondante, à partir de résidus de broyage automobile.

5

Tableau 2

Caractéristiques	Unités	Vierge	R.B.A.
Melt index M.F.I. 2,16 kg/230°C	g/10 min.	1,9	1,7
Densité		0,925	0,928
Résistance au seuil d'écoulement 25 mm/s	MPa	22	20,3
Résistance à la rupture	MPa	18	15
Module d'élasticité en flexion	MPa	700	650
Choc IZOD entaillé +23°C	J/m	160	148
Choc IZOD entaillé -18°C	J/m	60	56

10

Le Tableau 3 donne les propriétés mécaniques du PP 28, 43 vierge et du PP récupérés avec le procédé et l'installation 1 correspondante, à partir de résidu de broyage automobile.

15

Tableau 3

Caractéristiques	Unités	Vierge	R.B.A.
Melt index M.F.I. 2,16 kg/230°C	g/10 min.	4,1	4
Densité		0,90	0,901
Résistance au seuil d'écoulement 25 mm/s	MPa	29	22,5
Résistance à la rupture	MPa	30	20
Allongement à la rupture	%	500	304
Module d'élasticité en flexion	MPa	1200	1000
Choc IZOD entaillé +23°C	J/m	100	170
Choc IZOD entaillé -18°C	J/m	45	55

5 Dans le cas de résidu de broyage automobile, les valeurs obtenues sont le résultat d'une étude faite sur des éprouvettes injectées directement après le tri du PE 28 et du PP 29 (étape M).

10 On constate d'après ces deux tableaux que la qualité, et donc la valeur commerciale du PE et du PP est sensiblement équivalente à la qualité du PE et du PP de première fusion.

Il en est de même pour les deux matériaux styréniques ABS et PS.

15 Compte tenu des solvants éventuellement utilisés, l'installation répond aux normes antidéflagrantes et les différents appareils sont le plus étanche possible. Dans toute l'installation industrielle décrite ci-dessus les eaux de lavage et de rinçage, les eaux récupérées après

- 24 -

égouttage et centrifugation, les eaux de condensation des sécheurs et les eaux des milieux de flottation soit retournent vers le dispositif utilisateur, soit sont collectées par une canalisation 87 afin que soit assuré 5 leur stockage et leur retraitement dans une station d'épuration 88.

L'invention n'est pas limitée par les détails des modes de réalisation et des exemples choisis pour l'illustrer. 10 Des modifications peuvent être apportées sans pour autant sortir du cadre de l'invention. Par exemple, les matériaux polymères peuvent provenir également des ordures ménagères, des déchets industriels. Les densités des liquides utilisés dans les dispositifs de séparation par flottation peuvent 15 être modifiées selon la nature des matériaux polymères que l'on désire récupérer et séparer.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour séparer des matériaux polymères (2) provenant de déchets, comprenant une étape de broyage, caractérisé par les quatre étapes suivantes, pouvant être mises en oeuvre selon un ordre quelconque :

- une étape de séparation mécanique (B),
- une étape de nettoyage (E), et
- 10 - au moins deux étapes de séparation par densité (C, G, M, V, W).

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre lesdites étapes en commençant par une étape de séparation mécanique (B), suivie selon un ordre quelconque d'une étape de nettoyage (E), et d'au moins deux étapes de séparation par densité (C, G, M, V, W).

20 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre lesdites étapes en commençant par une étape de séparation par densité (C), suivie selon un ordre quelconque d'une étape de nettoyage (E), d'une étape de séparation mécanique (B) et d'au moins une étape de 25 séparation par densité (G, M, V, W).

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre lesdites étapes selon l'ordre suivant : une étape de séparation mécanique (B) est suivie 30 d'une première étape de séparation par densité (C), puis d'une étape de nettoyage des matériaux polymères (E) et d'une deuxième étape de séparation par densité (G, M, V, W).

35 5. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre lesdites étapes selon l'ordre suivant : une étape de séparation mécanique (B) est suivie

- 26 -

d'une première étape de séparation par densité (C), puis d'une deuxième étape de séparation par densité (G, M, V, W) et d'une étape de nettoyage des matériaux polymères (E).

5 6. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre lesdites étapes selon l'ordre suivant : une étape de séparation mécanique (B) est suivie d'une étape de nettoyage des matériaux polymères (E), puis d'une première étape de séparation par densité (C) et d'une 10 deuxième séparation par densité (G, M, V, W).

15 7. Procédé selon la revendication 1 ou 3, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre lesdites étapes selon l'ordre suivant : une première étape de séparation par densité (C) est suivie d'une étape de séparation mécanique (B), puis d'une étape de nettoyage des matériaux polymères (E) et d'une deuxième étape de séparation par densité (G, M, V, W).

20 8. Procédé selon la revendication 1 ou 3, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre lesdites étapes selon l'ordre suivant : une première étape de séparation par densité (C) est suivie d'une étape de séparation mécanique (B), puis d'une deuxième étape de séparation par densité (G, M, V, W) 25 et d'une étape de nettoyage des matériaux polymères (E).

30 9. Procédé selon la revendication 1 ou 3, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre lesdites étapes selon l'ordre suivant : une première étape de séparation par densité (C) est suivie d'une étape de nettoyage des matériaux polymères (E), puis d'une séparation mécanique (B) et d'une deuxième séparation par densité (G, M, V, W).

35 10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'étape de séparation mécanique (B) des matériaux polymères est une étape de séparation par facteur de forme.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'étape de séparation mécanique (B) se fait grâce à des moyens de criblage (6) qui permettent l'élimination de toutes les matières (4) de taille trop importante.

5

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que les moyens de criblage (6) comprennent un dispositif de criblage, de préférence à tambour rotatif comprenant une grille calibrée.

10

13. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'étape de nettoyage (E) des matériaux polymères est réalisée dans une ou plusieurs cuves (12, 54), en milieu liquide, de préférence sous agitation énergique, à température élevée, et avec 50 à 15 70 % de matériaux polymères et 30 à 50 % de liquide.

14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que le milieu liquide comprend notamment de 50 à 100 % 20 d'eau, de 0 à 20 % d'un agent nettoyant, de 0 à 30 % d'un agent d'abrasion, et/ou un agent mouillant, les pourcentages étant exprimés en poids.

15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en 25 ce que l'agent nettoyant est de préférence de la soude, de la potasse, du carbonate de sodium, des savons ou un mélange de ceux-ci.

16. Procédé selon la revendication 14 ou 15, 30 caractérisé en ce que l'agent d'abrasion est de préférence du carbonate de calcium en poudre, du talc, de la silice ou de l'alumine ou un mélange de ceux-ci.

17. Procédé selon l'une des revendications précédentes, 35 caractérisé en ce que la première étape de séparation par densité (C) permet de séparer les matières de densité

supérieure à 1 (9) des matières de densité inférieure ou égale à 1 (8).

18. Procédé selon l'une des revendications précédentes, 5 caractérisé en ce que dans le cas des densités inférieures à 1, la densité pour la deuxième étape de séparation par densité (G) est ajustée sensiblement autour de 1.

19. Procédé selon la revendication 17 ou 18, 10 caractérisé en ce que dans le cas des densités inférieures à 1, l'on place après la deuxième étape de séparation par densité (G) une troisième étape de séparation par densité (M).

15 20. Procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que dans le cas des densités inférieures à 1, la densité pour la troisième étape (M) de séparation par densité est ajustée sensiblement entre 0,9 et 0,95, de façon à permettre de séparer une matière à densité inférieure (28) 20 comprenant du polypropylène (PP), d'une autre matière à densité supérieure (29) comprenant du polyéthylène (PE).

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 17 à 20, caractérisé en ce que, dans le cas des densités supérieures à 1, la densité pour la deuxième étape (V) de séparation par densité est ajustée sensiblement à 1,05, de façon à permettre de séparer une matière à densité inférieure (47) comprenant du polystyrène (PS), d'une autre matière à densité supérieure (48) comprenant de 30 l'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS).

22. Procédé selon la revendication 21, caractérisé en ce que dans le cas de la séparation de l'ABS, l'on prévoit une troisième étape de séparation par densité (W), dont la 35 densité est ajustée sensiblement à 1,1 intercalée entre la deuxième étape de séparation par densité (V) et l'étape de nettoyage des matériaux polymères (E).

23. Procédé selon la revendication 22, caractérisé en ce que dans le cas de la séparation de l'ABS, l'on place après la troisième étape de séparation par densité (W) une 5 quatrième étape de séparation par densité ( $G_a$ ) dont la densité est ajustée sensiblement à 1,07.

24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 21 à 23, caractérisé en ce que, dans le cas de la 10 purification du PS (47), l'on prévoit une troisième étape de séparation par densité ( $G_b$ ) dont la densité est ajustée sensiblement à 1,05.

25. Procédé selon l'une des revendications précédentes, 15 caractérisé en ce que les étapes de séparation par densité (C, G, M, V, W) se font de préférence par flottation en milieu liquide, dont on peut contrôler et régler la densité, qui permet de séparer une matière surnageante (8, 28, 47, 58), à densité inférieure à celle du milieu 20 liquide, d'une autre matière qui coule (9, 16, 29, 48, 51), à densité supérieure à celle du milieu liquide.

26. Procédé selon la revendication 25, caractérisé en ce que le milieu liquide pour les étapes de séparation par 25 densité avec flottation dont la densité est sensiblement égale à 1 (C, G) comprend de préférence de l'eau.

27. Procédé selon la revendications 25, caractérisé en ce que le milieu liquide pour les étapes de séparation par 30 densité avec flottation dont la densité est supérieure à 1 (V, W,  $G_a$ ,  $G_b$ ) comprend de préférence de l'eau, des argiles ou des sels, et/ou un agent mouillant.

28. Procédé selon la revendication 25, caractérisé en 35 ce que le milieu liquide pour les étapes de séparation par densité avec flottation dont la densité est inférieure à 1

(G, M) comprend de préférence de l'eau et/ou du méthanol, et/ou de l'éthanol et/ou un agent mouillant.

29. Procédé selon l'une des revendications précédentes, 5 caractérisé en ce que les étapes de séparation par densité (C, G, M, V, W) sont mises en oeuvre grâce à un dispositif mécanique, et de préférence grâce à une table densimétrique à secousses.

10 30. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les étapes de séparation par densité (C, G, M, V, W) sont mises en oeuvre grâce à un séparateur hydraulique dynamique, ou grâce à un séparateur du type cyclone et pompe.

15 31. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que dans le cas de la purification de l'ABS (48), l'on réalise une étape supplémentaire de séparation par tri électrostatique (Z).

20 32. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que dans le cas de la purification du PS (47), l'on réalise une étape supplémentaire de séparation par tri optique (Z<sub>a</sub>).

25 33. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise une étape de broyage supplémentaire (D) que l'on place après l'étape de séparation mécanique (B), soit après l'étape de nettoyage 30 (E), soit après la première étape de séparation par densité (C), soit après la deuxième étape de séparation par densité (V, G) soit après la troisième étape de séparation par densité (W).

35 34. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on réalise une étape de mouillage (A), ou d'immersion, ou de trituration des matériaux avec

de l'eau ou une solution alcaline, soit au tout début du procédé, soit après l'étape de broyage (D), soit avant l'une des séparations par densité (C, G, G<sub>a</sub>, G<sub>b</sub>, M, V, W).

5 35. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on réalise après chaque étape de séparation par densité avec flottation, dans lesquelles la densité est supérieure à 1 (V, W, G<sub>a</sub>, G<sub>b</sub>) une étape de rinçage, d'égouttage et de centrifugation (X, Y).

10 36. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise une étape de centrifugation (H), une étape de séchage (I) pour éliminer tout liquide, et une étape de stockage (J) en silo, après la deuxième 15 étape de séparation par densité (V, G) ou après la quatrième étape de séparation par densité (G<sub>a</sub>, G<sub>b</sub>).

20 37. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on réalise une étape de séparation à flux d'air (K) qui permet l'élimination de toutes les 25 matières légères (23, 66) après la deuxième étape de séparation par densité (V, G, G<sub>a</sub>, G<sub>b</sub>), ou après une étape de séchage (I).

25 38. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise une étape de séparation par densité (L) grâce à un dispositif mécanique de type table à secousses (24, 67) après la deuxième étape de séparation par densité (V, G, G<sub>a</sub>, G<sub>b</sub>) et/ou après l'étape de 30 séparation à flux d'air (K), ou après une étape de séchage (I).

35 39. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on réalise après l'étape de nettoyage (E) une étape de rinçage et d'égouttage (F) des matériaux polymères.

40. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, si l'on désire purifier davantage du PP (28), du PE (29), de l'ABS (72), du PS (76), séparément, on centrifuge (N), on sèche (O), puis on homogénéise (P), 5 on extrude (Q), on centrifuge (R), on calibre (S), on homogénéise (T) à nouveau et on ensache (U).

41. Procédé selon la revendication 40, caractérisé en ce que l'on peut placer une étape de séparation à flux 10 d'air pour éliminer les fibres et poussières, avant l'étape d'extrusion (Q).

42. Procédé caractérisé en ce qu'il permet d'obtenir du PE (29, 31) ou du PE extrudé (44), du PP (28, 32) ou du PP 15 extrudé (43), du PS (47, 76) ou du PS extrudé (86), de l'ABS (48, 72) ou de l'ABS extrudé (84).

43. Installation (1) destinée à la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 20 précédentes caractérisée en ce qu'elle comporte de préférence les dispositifs de broyage (11, 53), de séparation par densité avec flottation (7, 14, 27, 46, 49, 57), de séparation mécanique (6), de séparation à flux d'air (22, 64), de nettoyage (12, 54), de 25 séparation par densité à dispositif mécanique (24, 67), de séparation électrostatique (71), de séparation par tri optique (73), de mouillage (3), de rinçage et d'égouttage (13, 52, 59), de centrifugation (18, 33, 38, 61, 79), de séchage (19, 34, 62), d'homogénéisation (36, 41, 77, 82), 30 de stockage (21, 63), d'extrusion (37, 78), de calibrage (39, 81) et d'ensachage (42, 83).

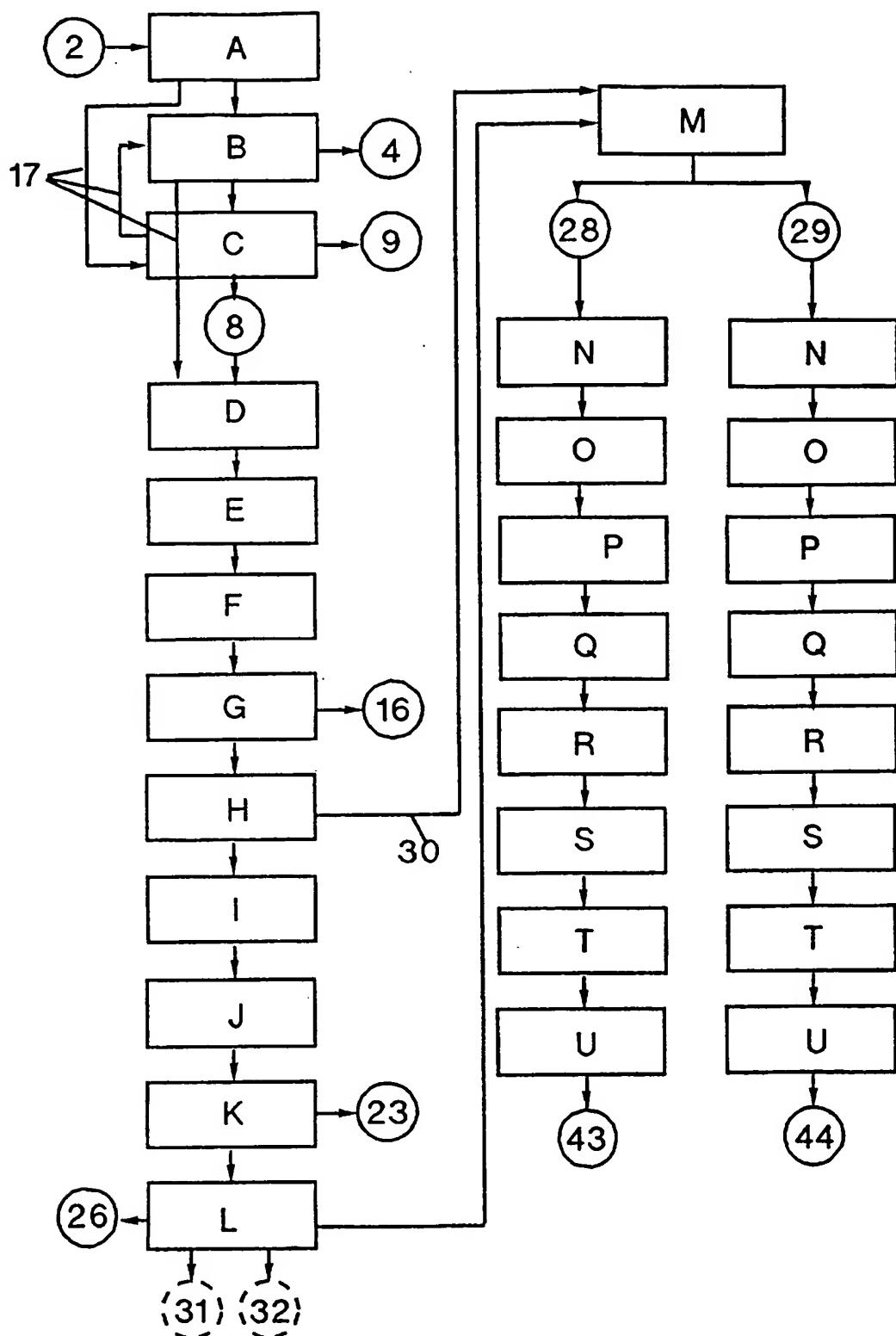


FIG.1

2/5

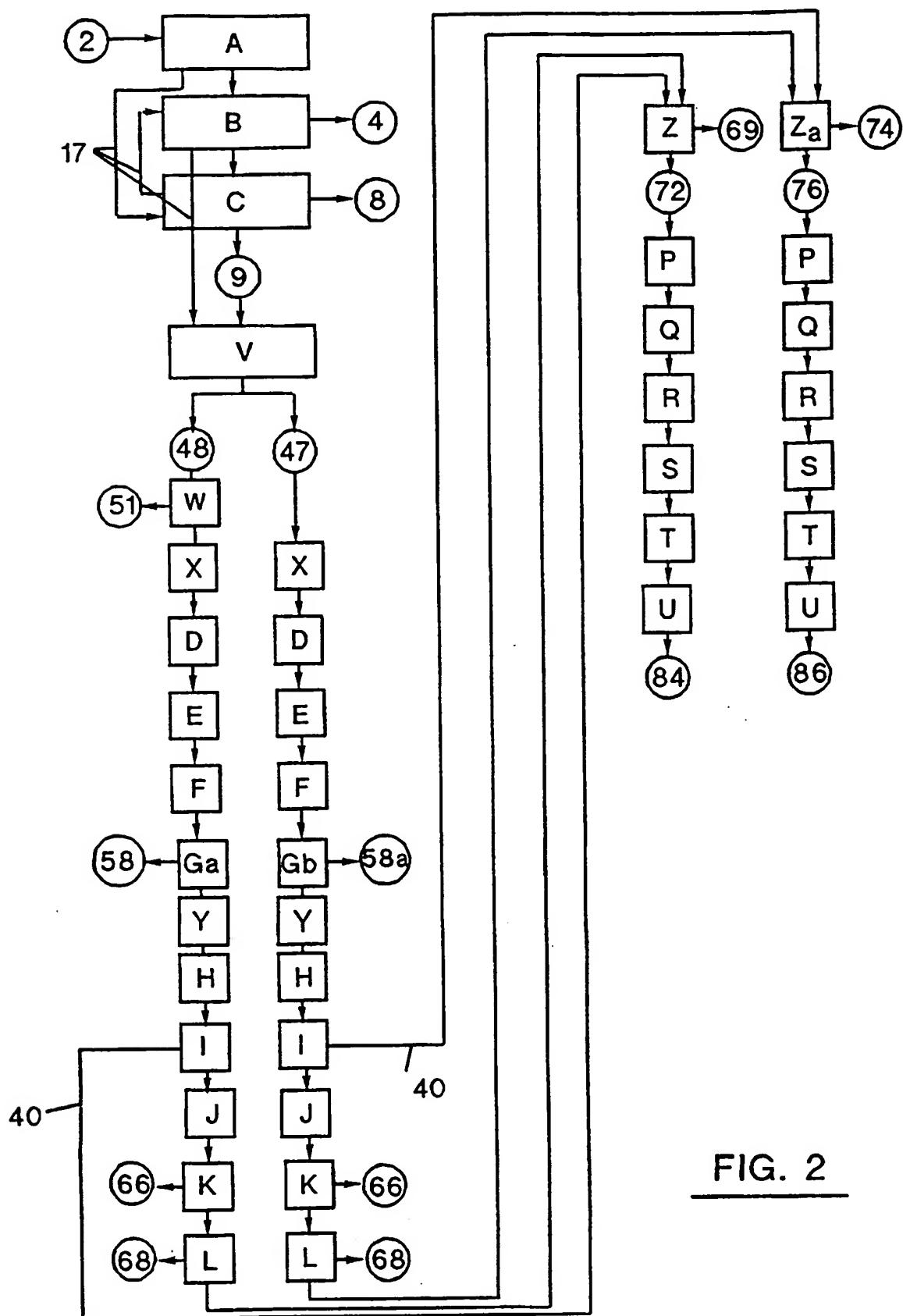


FIG. 2

3/5

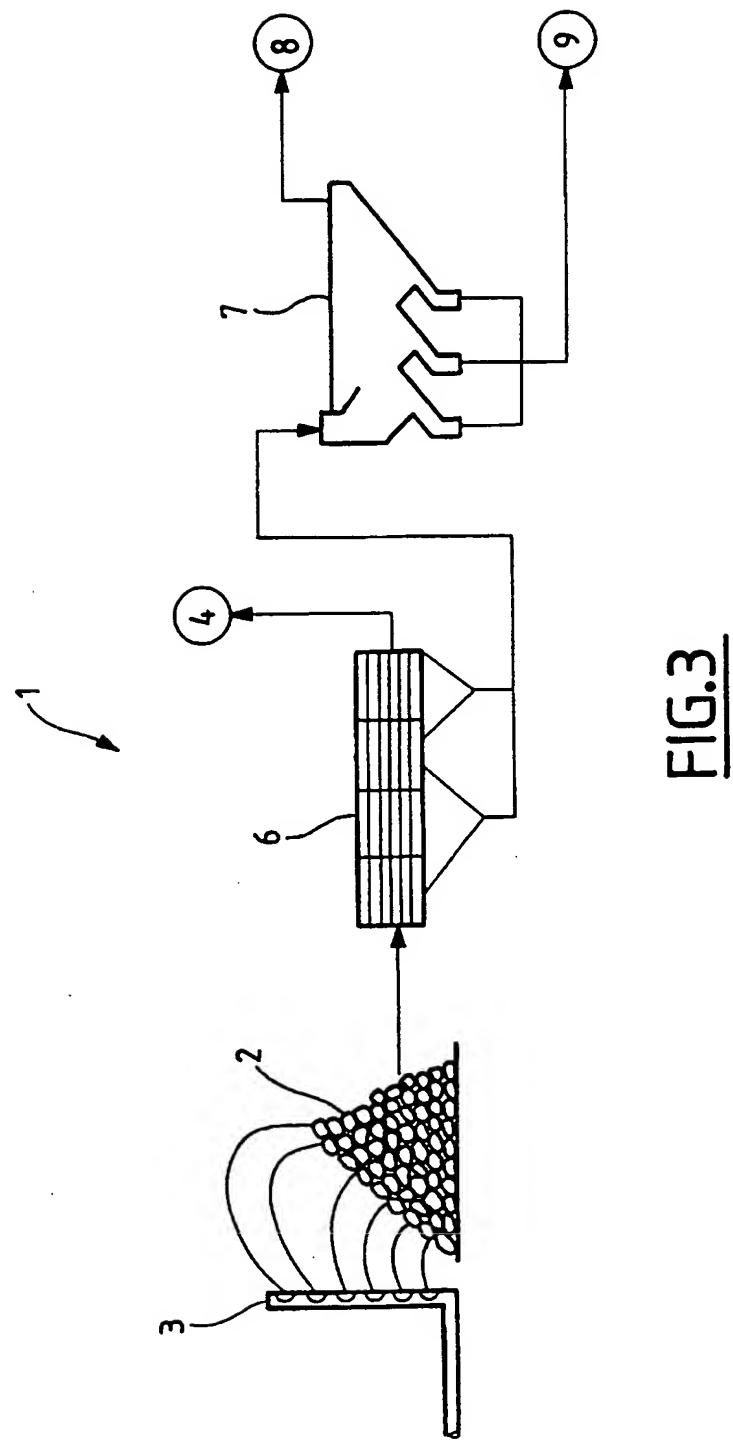
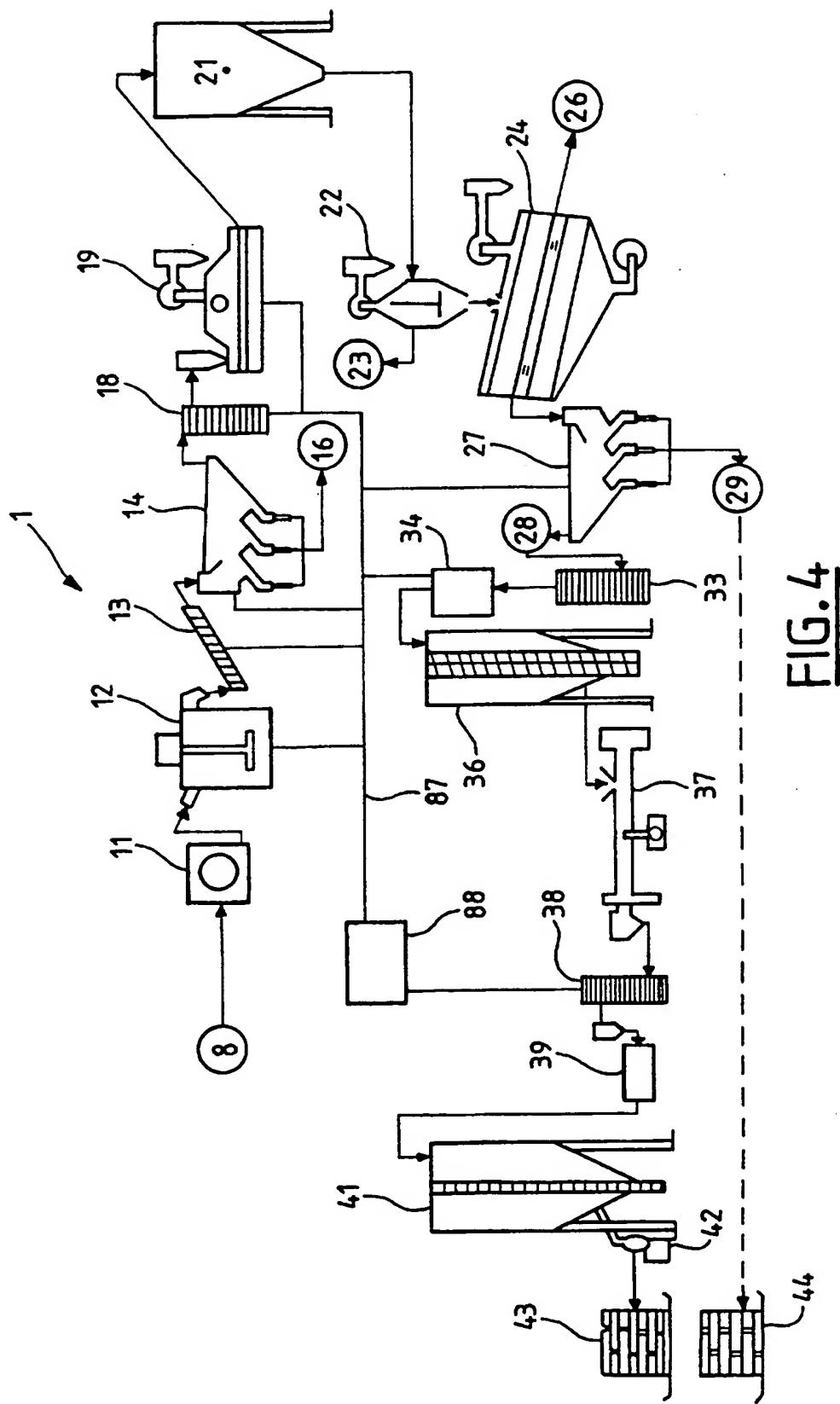


FIG.3

4/5



FEUILLE DE REMplacement (REGLE 26)

5/5

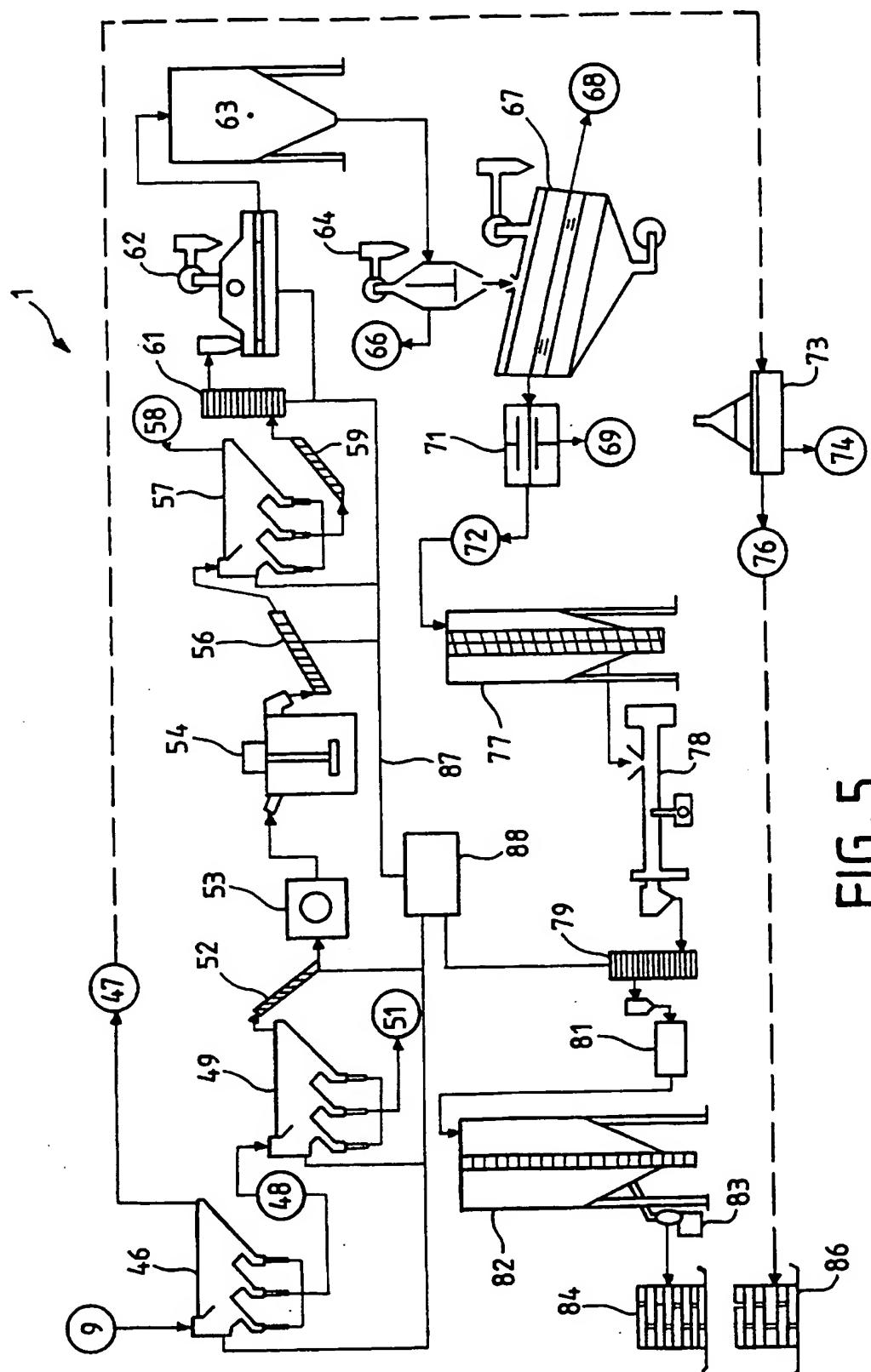


FIG. 5

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/FR 97/01355

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 6 B29B17/02 B03B5/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 B29B B03B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>KUNSTSTOFFE, vol. 80, no. 4, 1 April 1990, pages 493-495, XP000173800 RESCH M ET AL: "VERMISCHTE UND VERSCHMUTZTE ALTKUNSTSTOFFE STOFFLICH VERWERTEN" cited in the application see page 494, left-hand column, line 27 - line 64; figure 1</p> <p>---</p> <p>DE 43 29 270 A (KOPISCHKE JOACHIM) 25 August 1994 cited in the application see column 2, line 36 - column 3, line 50; figure 1</p> <p>---</p> <p style="text-align: right;">-/-</p>	1,43
X		1,20,43

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority, claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"Z" document member of the same patent family

1

Date of the actual completion of the international search

15 October 1997

Date of mailing of the international search report

17.12.97

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

ATTALLA G.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/FR 97/01355

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KUNSTSTOFFBERATER, vol. 38, no. 6, 1 June 1993, pages 26-30, XP000382027 DREIRINGER G ET AL: "WIEDERAUFBEREITUNGS-ANLAGE FUER PVC-FOLIEN" cited in the application see figure 3 ---	1,43
X	WO 92 22380 A (SAMPSON DONALD L) 23 December 1992 cited in the application see claim 4 ---	1,43
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 7618 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A13, AN 76-32749X XP002028509 & JP 51 030 880 A (MITSUI METAL MINING) , 17 March 1976 see abstract ---	21
A	FR 2 341 419 A (SOLVAY) 16 September 1977 see claim 2 ---	15
A	EP 0 568 710 A (SCHUERER JOHAN) 10 November 1993 see claim 2 ---	13
A	FR 2 310 160 A (MITSUI MINING & SMELTING CO) 3 December 1976 see examples ---	1
A	FR 2 281 166 A (MITSUI MINING & SMELTING CO) 5 March 1976 see examples -----	1

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 97/01355

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
DE 4329270 A	25-08-94	DE 9302560 U		02-09-93
		CA 2115595 A		13-08-94
WO 9222380 A	23-12-92	US 5236603 A		17-08-93
		AU 8516691 A		12-01-93
FR 2341419 A	16-09-77	AT 352039 B		27-08-79
		BE 851459 A		16-08-77
		CH 618915 A		29-08-80
		DE 2702782 A		01-09-77
		NL 7701755 A		23-08-77
EP 0568710 A	10-11-93	SE 468931 B		19-04-93
		SE 8903957 A		25-05-91
FR 2310160 A	03-12-76	JP 51129967 A		11-11-76
		DE 2620306 A		18-11-76
		GB 1543770 A		04-04-79
FR 2281166 A	05-03-76	JP 51020158 A		18-02-76
		DE 2535502 A		26-02-76
		US 4119533 A		10-10-78

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem. → Internationale No

PCT/FR 97/01355

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 6 B29B17/02 B03B5/28

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)  
CIB 6 B29B B03B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	KUNSTSTOFFE, vol. 80, no. 4, 1 Avril 1990, pages 493-495, XP000173800 RESCH M ET AL: "VERMISCHTE UND VERSCHMUTZTE ALTKUNSTSTOFFE STOFFLICH VERWERTEN" cité dans la demande voir page 494, colonne de gauche, ligne 27 - ligne 64; figure 1 --- DE 43 29 270 A (KOPISCHKE JOACHIM) 25 Août 1994 cité dans la demande voir colonne 2, ligne 36 - colonne 3, ligne 50; figure 1 ---	1,43
X	---	1,20,43



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

### \* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*Z\* document qui fait partie de la même famille de brevets

1

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

15 Octobre 1997

17.12.97

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentzaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

ATTALLA G.

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No  
PCT/FR 97/01355

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	KUNSTSTOFFBERATER, vol. 38, no. 6, 1 Juin 1993, pages 26-30, XP000382027 DREIRINGER G ET AL: "WIEDERAUFBEREITUNGS-ANLAGE FUER PVC-FOLIEN" cité dans la demande voir figure 3 ---	1,43
X	WO 92 22380 A (SAMPSON DONALD L) 23 Décembre 1992 cité dans la demande voir revendication 4 ---	1,43
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 7618 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A13, AN 76-32749X XP002028509 & JP 51 030 880 A (MITSUI METAL MINING) , 17 Mars 1976 voir abrégé ---	21
A	FR 2 341 419 A (SOLVAY) 16 Septembre 1977 voir revendication 2 ---	15
A	EP 0 568 710 A (SCHUERER JOHAN) 10 Novembre 1993 voir revendication 2 ---	13
A	FR 2 310 160 A (MITSUI MINING & SMELTING CO) 3 Décembre 1976 voir exemples ---	1
A	FR 2 281 166 A (MITSUI MINING & SMELTING CO) 5 Mars 1976 voir exemples -----	1

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No

PCT/FR 97/01355

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 4329270 A	25-08-94	DE 9302560 U CA 2115595 A	02-09-93 13-08-94
WO 9222380 A	23-12-92	US 5236603 A AU 8516691 A	17-08-93 12-01-93
FR 2341419 A	16-09-77	AT 352039 B BE 851459 A CH 618915 A DE 2702782 A NL 7701755 A	27-08-79 16-08-77 29-08-80 01-09-77 23-08-77
EP 0568710 A	10-11-93	SE 468931 B SE 8903957 A	19-04-93 25-05-91
FR 2310160 A	03-12-76	JP 51129967 A DE 2620306 A GB 1543770 A	11-11-76 18-11-76 04-04-79
FR 2281166 A	05-03-76	JP 51020158 A DE 2535502 A US 4119533 A	18-02-76 26-02-76 10-10-78

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**